

(12)特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関  
国際事務局



(43) 国際公開日  
2000 年12 月21 日 (21.12.2000)

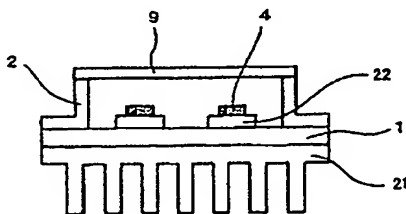
PCT

(10) 国際公開番号  
WO 00/76940 A1

- (51) 国際特許分類<sup>7</sup>: C04B 41/88 Kazuya) [JP/JP]. 安部 誘岳 (ABE, Yugaku) [JP/JP]. 福井 彰 (FUKUI, Akira) [JP/JP]; 〒664-0016 兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号 住友電気工業株式会社 伊丹製作所内 Hyogo (JP).
- (21) 国際出願番号: PCT/JP00/03743
- (22) 国際出願日: 2000 年6 月8 日 (08.06.2000)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ: 特願平11/166214 1999 年6 月14 日 (14.06.1999) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 住友電気工業株式会社 (SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES, LTD.) [JP/JP]; 〒541-0041 大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号 Osaka (JP).
- (74) 代理人: 上代 哲司. 外 (JODAI, Tetsuji et al.); 〒554-0024 大阪府大阪市此花区島屋一丁目1番3号 住友電気工業株式会社内 Osaka (JP).
- (81) 指定国 (国内): JP, KR, US.
- (84) 指定国 (広域): ヨーロッパ特許 (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE).
- 添付公開書類:  
— 国際調査報告書
- (72) 発明者; および  
(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 山形伸一 (YAMAGATA, Shinichi) [JP/JP]. 上武和弥 (KAMITAKE, Kazuyuki) [JP/JP].
- 2 文字コード及び他の略語については、定期発行される各 PCT ガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

(54) Title: COMPOSITE MATERIAL AND SEMICONDUCTOR DEVICE USING THE SAME

(54) 発明の名称: 複合材料およびそれを用いた半導体装置



(57) Abstract: A composite material which comprises a three-dimensional ceramic network structure and, placed into crevices of the structure, a component containing a semi-metal which has been molten and then precipitated and has a thermal expansion coefficient of 6 ppm/°C or less and a thermal conductivity of 150 W/m.K or more; and a semiconductor device using the same. The composite material is produced by impregnating a porous material having ceramics as a main constituent with the melt of a component containing a semi-metal, to thereby fill the pore of the porous material with the component. The material can be used for manufacturing a member of a semiconductor device which is light and has a high thermal conductivity, and in particular, has a thermal expansion

coefficient similar to those of semiconductor elements and other members arranged adjacent thereto.

[続葉有]

WO 00/76940 A1

(19)日本国特許庁 (J P)

## 再 公 表 特 許 (A 1)

(11)国際公開番号

W O 0 0 / 0 7 6 9 4 0

発行日 平成15年 1 月 7 日 (2003. 1. 7)

(43)国際公開日 平成12年12月21日 (2000. 12. 21)

(51)Int.Cl.<sup>7</sup>

識別記号

F I

C 0 4 B 41/88  
35/565  
H 0 1 L 23/14C 0 4 B 41/88 U  
35/56 1 0 1 A  
H 0 1 L 23/14 S

審査請求 未請求 予備審査請求 未請求(全 34 頁)

出願番号 特願2001-503409( P2001-503409)  
(21)国際出願番号 P C T / J P 0 0 / 0 3 7 4 3  
(22)国際出願日 平成12年 6 月 8 日 (2000. 6. 8)  
(31)優先権主張番号 特願平11-166214  
(32)優先日 平成11年 6 月 14 日 (1999. 6. 14)  
(33)優先権主張国 日本 (J P)  
(81)指定国 E P (A T, B E, C H, C Y, D E, D K, E S, F I, F R, G B, G R, I E, I T, L U, M C, N L, P T, S E), J P, K R, U S

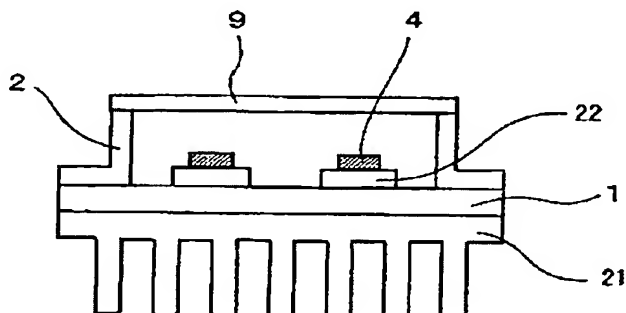
(71)出願人 住友電気工業株式会社  
大阪府大阪市中央区北浜四丁目 5 番33号  
(72)発明者 山形 伸一  
兵庫県伊丹市昆陽北一丁目 1 番 1 号 住友  
電気工業株式会社伊丹製作所内  
(72)発明者 上武 和弥  
兵庫県伊丹市昆陽北一丁目 1 番 1 号 住友  
電気工業株式会社伊丹製作所内  
(72)発明者 安部 勝岳  
兵庫県伊丹市昆陽北一丁目 1 番 1 号 住友  
電気工業株式会社伊丹製作所内  
(74)代理人 弁理士 上代 哲司 (外 1 名)

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 複合材料およびそれを用いた半導体装置

## (57)【要約】

高熱伝導性かつ軽量で、特に半導体素子ならびにセラミックスからなる熱膨張係数の整合性が良く、セラミックスと半金属を主成分とする複合材料からなる部材およびそれを用いた半導体装置を提供する。セラミックスからなる三次元ネットワーク構造体の隙間に、半金属を含んだ熔融後析出した成分が充填されており、その熱膨張係数が  $6 \text{ ppm}/^{\circ}\text{C}$  以下、その熱伝導率が  $150 \text{ W}/\text{m} \cdot \text{K}$  以上の複合材料ならびにそれを用いた半導体装置である。この材料は、セラミックスを主成分とする多孔体の空孔に半金属を含んだ成分を溶浸することによって得られる。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 セラミックスからなる三次元ネットワーク構造体の隙間に、半金属を含んだ溶融後析出した成分が充填されており、その熱膨張係数が $6 \times 10^{-6}$  /℃以下、その熱伝導率が $150 \text{ W/m} \cdot \text{K}$ 以上の複合材料。

【請求項2】 セラミックスの平均粒径が、 $30 \mu\text{m}$ 以上である請求項1に記載の複合材料。

【請求項3】 セラミックスが、炭化珪素を含む請求項1または2に記載の複合材料。

【請求項4】 炭化珪素の量が、 $50$ 質量%以上である請求項3記載の複合材料。

【請求項5】 半金属が、珪素である請求項1ないし4のいずれかに記載の複合材料。

【請求項6】 材料中の不純物の量が $1$ 質量%以下である請求項1ないし5のいずれかに記載の複合材料。

【請求項7】 遷移金属の不純物の量が、それらの元素換算で $1000 \text{ ppm}$ 以下である請求項6に記載の複合材料。

【請求項8】 鉄族金属の不純物の量が、それらの元素換算で $100 \text{ ppm}$ 以下である請求項7に記載の複合材料。

【請求項9】 熱伝導率が $200 \text{ W/m} \cdot \text{K}$ 以上の請求項1ないし8のいずれかに記載の複合材料。

【請求項10】 請求項1ないし9のいずれかに記載の複合材料を用いた半導体装置用部材。

【請求項11】 請求項10に記載の部材を用いた半導体装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 技術分野

本発明は、各種装置・機器に用いられる複合材料、特に半導体装置の放熱基板に有用な高い熱伝導性と低い熱膨張係数を有する複合材料に関する。

## 背景技術

近年半導体装置（半導体素子を用いた各種デバイス、以下同じ）の高速演算・高集積化に対する市場の要求は急速に高まりつつある。それとともに、同装置の半導体素子搭載用放熱基板（以下単に放熱基板と言う）には、同素子から発生する熱をより一層効率良く逃がすため、その熱伝導率のより一層の向上が求められてきた。さらに同素子ならびに放熱基板に隣接配置された半導体装置内の他の部材（周辺部材）との間の熱歪みをより一層小さくするために、より一層それらに近い熱膨張係数を有するものであることも求められてきた。具体的には、半導体素子として通常用いられるSi、GaAsの熱膨張係数がそれぞれ $4.2 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ 、 $6.5 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ であり、半導体装置の外囲器材として通常用いられるアルミナセラミックスのそれが $6.5 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ 程度であることから、放熱基板の熱膨張係数はこれらの値に近いことが望まれる。

また近年のエレクトロニクス機器の応用範囲の著しい拡張にともない、半導体装置の実用域や実用性能はより一層多様化しつつある。中でも、高出力の交流変換機器・周波数変換機器等のいわゆる半導体パワーデバイスへの需要が増えつつある。これらのデバイスでは、半導体素子からの発熱が半導体メモリーやLSIに比べ数倍から数十倍（通常例えば数十W）にも及ぶ。このためこれらの機器に使われる放熱基板は、その熱伝導率を格段に向上させるとともに、その熱膨張係数を周辺部材のそれにより一層近づける必要がある。したがってその基本構造は、通常以下のようにになっている。まずSi半導体素子を電気絶縁性と熱伝導性に優れた窒化アルミニウム（以下単にAlNとも言う）セラミックからなる第一の放熱基板の上に載せる。次いでその第一の放熱基板の下に銅やアルミニウムのような高熱伝導性の金属からなる第二の放熱基板を配置する。さらにこの第二の放熱基板の下に、これを水冷または空冷することのできる放熱構造体を配置する。以上のような構造によって外部に遅滞なく熱を逃がす。したがって第二の放熱基

板は、この第一の放熱基板から受け入れた熱をその下の放熱構造体に遅滞なく伝える必要がある。このため第二の放熱基板としては、高い熱伝導率を有するとともに特にその熱膨張係数が第一基板のそれに近いことが重要な課題である。例えば第二の放熱基板は、 $6 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ 以下の低い熱膨張係数を有することが要求される。

このような放熱基板には、従来より例えばWやMoを主たる成分とした複合金からなるものが用いられてきた。これらの基板は、原料が高価なためにコスト高になるとともに重量が大きくなるという問題があった。そこで、最近では各種のアルミニウム（以下単にAlとも言う）の複合金が安価で軽量な材料として注目されるようになってきた。中でもAlと炭化珪素（以下単にSiCとも言う）を主成分とするAl-SiC系複合材料は、それらの原料が比較的安価であり、軽量かつ高熱伝導性である。なお通常市販されている純粋なAl、SiC単体の密度は、それぞれ $2.7 \text{ g/cm}^3$ 程度、 $3.2 \text{ g/cm}^3$ 程度、熱伝導率は、それぞれ $240 \text{ W/m} \cdot \text{K}$ 程度、 $200 \sim 300 \text{ W/m} \cdot \text{K}$ 程度である。また純粋なSiC単体、Al単体の熱膨張係数はそれぞれ $4.2 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ 程度、 $24 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ 程度であり、それらの量比を変えることによって、広い範囲の熱膨張係数が得られる。したがってこの点でも有利である。

そこでAlとセラミックスを組み合わせたいくつかの複合材料が、Al-SiC系を中心に開発されてきた。例えば特開平8-222660号公報、特開平8-330465号公報、特開平1-501489号公報および特開平2-343729号公報に記載の発明では溶浸法または鋳造法によって、また特開平9-157773号公報の発明では混合粉末の成形体をホットプレスによって、それぞれ作製された複合材料が紹介されている。またAl-SiC系にSiを加えた複合材料が米国特許第5,006,417号に開示されている。その材料は、金属マトリックス中に、これに固溶しない組織強化材（reinforcement material、例えばAl-SiC-Si系であれば、組織強化材はSiCおよびSiである。）を分散させた複合材料が開示されている。この発明の目的は、熱膨張係数の大きな樹脂-ガラス系の回路板とそれに搭載される熱膨張係数の小さいセラミックス部材との間に介挿され、それらの中間の熱膨張係数を有

し、軽量な部材を提供することである。同複合材料の特徴は、低い密度、低い熱膨張係数および良好な熱伝導性を有し、寸法安定性 (dimensional stability) と造形性 (formability) が良いことである。例えば代表的な材料として、40～60体積%のAlマトリックス中に、半金属であるSiを10～40体積%、SiCを10～50体積%分散させた材料の記載がある。しかしながらその最も好ましい事例 (TABLE 1記載の試料) によれば、Al量が45～55体積% (重量部もほぼ同程度) でその熱膨張係数は、 $8 \sim 9 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$  程度である。したがってこの材料の熱膨張係数は、それが  $3 \sim 6 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$  程度のセラミックスとは符合しない。この材料は、以上の成分からなる混合粉末を金属成分の融点以上の温度で固化することによって得ている。さらにそのFig. 2によると、Al-SiC-Si系材料では、SiCまたはSiの量が約70体積%以上の時に  $6 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$  以下の熱膨張係数のものが得られると推測される。なお同発明によれば、この成分系では、その組成は不明であるが、好ましい組成であれば、 $120 \text{ W/m} \cdot \text{K}$  程度までの熱伝導率の材料が得られるとの記述がある。他にも液相焼結法によって得られる材料の研究が行われている。またAlに代えCuを用いた複合材料も同じ観点から有用な材料である。本発明ではこれらの材料を以下第一群の複合材料と言う。

しかしながら第一群の複合材料は高い熱伝導率は有するものの、AlやCuの熱膨張係数が大きいため、その小さいSiCの量を多くしないと、 $6 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$  程度の低い熱膨張係数のものが得られない。したがって高い硬度を有するSiCの量が多くなるため、その粉末の成形や成形体の焼結が難しい。また最近では例えばフィン形状のように複雑な形のものも要求されるようになってきた。したがってこのようなものでは仕上げ加工にかなりの手間をかけねばならなくなってきた。

一方、第一群の材料に比べ、熱膨張係数が小さく軽量な珪素 (Si) と炭化珪素 (SiC) を複合化した材料も開発が進められている。例えば特開平5-32458号公報には、Si他の半導体素子の製造工程において同素子を形成する素材を熱処理する際に、これを保持する材料として用いられるSi-SiC系複合材料が紹介されている。この材料は、鉄の量を5ppm以下とした高純度のSi

C粉末を1500～2300℃の温度範囲内で焼結した多孔体中に熔融Siを溶浸する方法で得られる。また例えばAdvanced Structural Inorganic Composites (1991年刊)の421～427頁にはSiC量が約70体積%までのSi-SiC系複合材料が紹介されている。この材料は、いずれも高純度のSiC粉末、炭素(C)粉末とを準備し、その混合物からなる成形体を反応焼結したものである。そのTable I Iには最高186.6 W/m・Kの材料が記載されている。しかしこれらの材料を半導体装置の放熱基板他の部材に活用した事例の報告は、未だに無い。これらの材料を本発明では以下第二群の複合材料と言う。

本発明の目的は、第一群の材料の上記した問題点を解消するとともに、第二群の材料を改良して、半導体装置用の部材として有効に利用できるようにすることである。

#### 発明の開示

本発明の複合材料は、セラミックス(第一の成分)からなる三次元ネットワーク構造体の隙間に半金属を含んだ熔融後析出した成分(第二の成分)が充填されており、その熱膨張係数が $6 \times 10^{-6}$  /℃以下、その熱伝導率が150 W/m・K以上の複合材料である。また本発明の材料には、セラミックスが炭化珪素(SiC)を含むもの、さらに半金属が珪素(Si)であるものも含まれる。さらに本発明には以上の材料を用いた半導体装置用部材ならびに同部材を用いた半導体装置も含まれる。

#### (実施の形態1)

本発明の複合材料は、セラミックスからなる第一成分が三次元ネットワーク構造体を形成しており、そのネットワークの隙間に第二成分である半金属を含む成分が充填されている。第二成分は半金属を含むが、それ以外に金属と第一成分の二者の間で形成される化合物および金属、半金属ならびに第一成分の三者の間で形成される合金や化合物を含んでもよい。この場合第二成分を構成する少なくとも1種の成分が、熔融後析出した形態で存在する。この材料は、例えば第一成分であるセラミックス粒子を主体とする多孔体を作製した後、それを第二成分に接触させた状態で第二成分中の少なくとも1種の成分の熔融点以上の温度まで昇温

し、第二成分の融液をセラミックス多孔体の空孔内に溶浸することによって得る。

なお本発明のセラミックスからなる三次元ネットワーク構造体では、セラミックス粒子が、お互いに部分的に密着しており、これらの粒子の間の密着部には主成分となるセラミックス以外の成分が存在していてもよい。例えばSiC-Si系では、SiC粒子の密着部分にはSiが存在する。複合材料中のセラミックス粒子の小さなものは、後述する溶浸前の予備焼成または溶浸の段階において、大きな粒子と結合する場合がある。例えばSiC-Si系ではSiCの最終の平均粒径が大きくなる。また同ネットワーク構造体の隙間には、第二成分が充されている。この第二成分中には半金属が含まれ、この半金属および／または共存する金属が溶融した後凝固析出した状態で存在する。

本発明の複合材料を構成する第一成分には、例えば主成分が、炭化珪素(SiC)、窒化珪素(Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>)、窒化アルミニウム(AlN)および窒化硼素(BN)からなるセラミックスが挙げられる(熱膨張係数が $5 \times 10^{-6}$  /℃以下であり、比較的高い熱伝導率を有するもの)。また半金属には、周期律表の3b族および4b族に属するもの(これらは半金属とも呼ばれる)の中でも、例えば珪素(Si)、ゲルマニウム(Ge)、炭素(C、ダイヤモンドやグラファイト)、硼素(B)およびそれらの混合物が挙げられる(熱膨張係数が $8.5 \times 10^{-6}$  /℃以下であり、比較的高い熱伝導率を有するもの)。また「半金属を含む第二成分」中の上記半金属以外の成分には、例えばアルミニウム(Al)、銅(Cu)、銀(Ag)、金(Au)、マンガン(Mn)、タングステン(W)およびモリブデン(Mo)を主成分とする金属材料(熱伝導率が $140 \text{ W/m} \cdot \text{K}$ 以上のもの)が挙げられる。

本発明の複合材料中において、三次元ネットワーク構造体を形成するセラミックス粒子の平均粒径は、 $30 \mu\text{m}$ 以上であるのが望ましい。平均粒径が $30 \mu\text{m}$ 未満では、粒子界面の熱の散乱が多くなって熱伝導率が顕著に低下するからである。

本発明の第一成分は、先に例示されたセラミックスの中でも特に安価であり、熱伝導率の高い炭化珪素(SiC)を含むものが望ましい。SiCの密度は3.



$2 \text{ g} / \text{cm}^3$  程度と軽量であり、熱伝導率はセラミックスの中でも優れており  $200 \sim 300 \text{ W} / \text{m} \cdot \text{K}$  程度である。特にその熱膨張係数は、 $4.2 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$  程度であり、Si 半導体素子や同素子を直接搭載する AlN セラミック基板のそれとほぼ同じであるからである。

セラミック成分が主成分として SiC を含む場合には、複合材料中の SiC の量は、50 質量% 以上であるのが望ましい。これによって通常  $200 \text{ W} / \text{m} \cdot \text{K}$  以上の高い熱伝導率の材料が得られる。50 質量% 未満になると溶浸前の多孔体の形状保持が難しくなるからである。好ましい上限は 90 質量% であり、この量を超えると空孔率が低くなるため、第二成分の熔融物の溶浸が難しくなるからである。

本発明の複合材料の好ましい半金属成分は、珪素である。珪素は、半金属の中では比較的熱伝導性に優れ、低い熱膨張係数を有するからである。

特に第二成分が半金属の Si である Si-SiC 系複合材料の場合、Si 半導体素子やセラミック基板との熱膨張係数の差がほとんど無くなる。このため、これらを互いに接続する場合、熱応力による変形や損傷の起こる確率が極めて小さくなる。また両成分の組成比率に依らずほぼ同じ低い熱膨張係数（通常  $4 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$  程度）のものが得られる。ただし Si の熱伝導率は、 $145 \text{ W} / \text{m} \cdot \text{K}$  程度であるため、Al-SiC 系や Cu-SiC 系のように、例えば  $300 \text{ W} / \text{m} \cdot \text{K}$  を越えるような極めて高い熱伝導性のものは得難い。しかしながら、通常  $150 \text{ W} / \text{m} \cdot \text{K}$  以上の熱伝導率のものが得られる。

さらに材料中の不純物の量を、1 重量% 以下に制御することによって、より高い熱伝導率の複合材料が得られる。ここで言う不純物とは、主成分（主成分とは、例えば SiC-Si 系の場合は SiC と Si であり、SiC-Si-Al 系では SiC、Si および Al である。）以外の遷移金属元素（陽イオン不純物とも言う）と酸素である。この内特にセラミックス粒子中の鉄金属元素（Fe、Ni および Co）の量を 100 ppm 以下に制御するのが望ましい。このように成分中の不純物の量を抑えることによって、 $200 \text{ W} / \text{m} \cdot \text{K}$  を越えた極めて高い熱伝導性の材料が得られる。

第二成分に Si を選び、第一成分を SiC に代えて Si、N、AlN および

BNを選んでもSi-SiC系と類似の特性を有する複合材料が得られる。ただしSi<sub>3</sub>N<sub>4</sub>は、SiCに比べ熱伝導率が低く（通常100～150 W/m・K程度）、AlNは、SiCに比べ機械的な強度が低い（通常SiCの50～60%程度）。BNは原料が高価である。このためこれらは、本発明の目的とする用途にはSiCに比べ不利である。しかしながら、これらはSi<sub>3</sub>N<sub>4</sub>は、機械的な強度に優れており（通常曲げ強度でSiCの1.5～2倍）、AlNは、高い熱伝導率と低い熱膨張係数を有している。またこれらは優れた電気絶縁性も兼ね備えている。さらにBNは、熱伝導率が高い（通常500 W/m・K以上）上に低い熱膨張係数（通常 $4 \times 10^{-6}$  /℃程度）と高い機械的強度（通常曲げ強度でSiCの1.5～2倍）を有している。したがってこれらの特徴を活かせば、十分実用に供し得る材料になる。

本発明の複合材料の第二成分には、半金属に加え、前述のようにAl、Cu、Ag、Au、Mn等の金属成分を含ませてもよい。これらの成分を加える狙いは、半金属の融点が、例えばSiやBのように高い場合、第二成分の溶浸温度を下げ、溶浸をより容易にするためである。ただしこれらの成分が過剰に加えられると、複合材料の熱膨張係数が大きくなるので、半金属の種類・量にもよるが、その量は複合材料全体に対し20質量%以下、さらには10質量%以下とするのが望ましい。またWやMoは、高熱伝導性で熱膨張率が低いので、第二成分としては好ましい成分であるが、融点が高い。これらの成分を利用する場合には、これらより低融点の半金属や金属と一緒に第二成分として用いるか、または前述のように、第一成分の粉末に少量予配合して用いる。

本発明の複合材料の製造方法について以下述べる。原料であるセラミック粉末には、純度が高く（望ましくは99.9%以上）結晶型も熱伝導性に優れた種類のものを用いるのが望ましい。遷移金属等の不純物（陽イオン不純物）や酸素や窒素は、セラミックス中のフォノンによる熱伝導を妨げる。例えばSiC、Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>、AlNおよびBNを第一成分とする場合には、その熱伝導性を損ねる鉄族元素（Fe、Ni、Co）等の遷移金属不純物（陽イオン不純物とも言う）や酸素や窒素の含有量が少ない（望ましくは、いずれも質量比で100 ppm以下）ものを選ぶのが望ましい。また例えばSiCを第一成分とする際には、本質的

に熱伝導性に優れた例えば 6 H 型や 4 H 型の結晶型のものを選ぶのが望ましい。  
Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> を第一成分とする場合には、熱伝導性に優れた β 結晶型のものを選ぶのが望ましい。また通常のセラミック焼結体のように、緻密化する目的であえて焼結助剤を添加する必要はない。これらの成分はセラミック本来の熱伝導性を損ねるからである。また第二成分中の半金属や必要によってこれと共存させる金属も、同じ理由により酸素や窒素等の不純物が少なく、純度が高く（通常は 99.9 % 以上）結晶型も熱伝導性に優れた種類のものを用いるのが望ましい。

本発明の複合材料は、第一成分の粉末の多孔体を作製し、その空孔内に第二成分を構成する半金属や金属の少なくとも 1 種の成分を溶融させて、溶浸することによって得られる。なお第一成分の粉末には、セラミック粉末以外に、必要により第二成分を構成する半金属や金属からなる成分の一部を含ませてもよい。いわゆる予配合による溶浸法である。この方法は、特に第一成分中のセラミック成分の量が少なく空孔量が多くなり成形体の形状維持が困難な場合、形状を維持するために、また第二成分を溶浸する際と同成分融液とセラミック粒子との濡れを良くするために、有利である。例えば炭素（C）を予配合し、第一成分に Si を用いる場合、両者の界面での反応によって SiC が生じ、その結果 Si の溶浸が促進される。また C を予配合すると、混合粉末の潤滑性が高まって成形が容易になる。また必要により第一成分および／または第二成分中に、溶浸時の溶融成分の濡れ性を向上させる少量（望ましくは通常熱伝導性を損なわない 1 質量 % 未満）の金属成分を添加する場合もある。なお第一成分のセラミック粉末は、粒度の異なる二種の粉末の混合物にすると、単一粒度のもののみの場合に比べ粉末の嵩密度が上がり、成形時の圧縮性が向上する。混合される粒度の異なる粉末の平均粒径の比を特に大：小で 1：5 ～ 1：15 の範囲内に、なおかつそれらの混合質量比を大：小で 2：1 ～ 4：1 の範囲内に制御すると、容易に成形密度 60 % 以上の成形体得られる。ただし、以上の場合でもセラミック原粉末の平均粒径は、少なくとも 30 μm 以上とするのが望ましい。平均粒径が 30 μm 未満になると、粒子界面での熱の散乱機会が増え、熱伝導率が低下し易いからである。なお、この粒度調整は、原料粉末および／または有機質バインダーを添加し造粒した顆粒のいずれの形態で行ってもよい。

第一成分粉末の成形においては、好適な有機質バインダーを用い、既知の成形手段によって行う。形状の付与は、溶浸前であれば、比較的容易にできる。例えば成形時に金型によっておこなってもよいし、バインダー除去後の多孔体の段階において研削で行ってもよい。第二成分の溶浸量を決める同多孔体の空孔率は、成形密度やバインダーの量を制御すれば、かなり広い範囲で変えられる。本発明の材料では、上記のようにセラミック多孔体には焼結助剤がほとんど含まれておらず、また第二成分の溶融点がセラミックスの焼結収縮温度よりも低い温度であるため、収縮による変形は溶浸時にほとんど生じない。このため大型形状や複雑形状のものであってもほとんど変形しないためネットシェイプな溶浸体が容易に得られる。当初から第一・第二両成分を混合して焼結するいわゆる焼結法では、焼結時の収縮変形が生じ易いが、それに比べ本発明の溶浸法は以上の点で有利である。また半金属を含むため、前記第一群の複合材料に比べ溶浸後でも機械加工が格段にし易くなる。

なお必要により第一成分からなる多孔体を加圧容器内に配置し、第二成分の融液を加圧溶浸する場合もある。溶浸工程では、第二成分の多面にわたる溶出を防ぐため、第一成分の多孔体の必要な面上に予め同成分の融液とは濡れないセラミックスの薄い被膜（溶出防止層）を形成しておけば、形成面には溶出部の無い溶浸体を得ることができる。例えば、図9および11に示される複雑形状のものを作製する場合には、いずれも100mm×150mmの底面以外の全ての面に、この層を形成しておけば、フィンや箱型の部分には第二成分の溶出部は生じない。このため溶出部除去の手間が大幅に少なくなる。なお成形体は、有機バインダーを加熱除去した後、その空孔率を調整したり、ハンドリングをし易くするため、溶浸前に非酸化性雰囲気中、通常1000～1800℃程度の温度範囲内で予備焼成されることもある。

本発明の複合材料は、その熱膨張係数が $6 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ 以下と低い。このため本発明の複合材料からなる部材を、Si半導体素子や例えばセラミックスやW、Moのように熱膨張係数の小さな半導体装置用部材と接続して使用する場合には、従来に無い高い信頼性の熱設計が容易にできるようになる。図1ないし7には、セラミックスからなる部材と放熱基板とを用いた半導体装置（通称セラミッ

クパッケージ)の構造事例を示す。これらの装置の部材に本発明の材料は好適である。図の主な部材は、1が放熱基板、2が主にセラミックスからなるパッケージ本体(または外圍器材とも言う)、4が半導体素子、5が接続層である。図1および図7のものは、パッケージ本体2を挟んで半導体素子4と放熱基板1とが、それぞれの接続層5を介して、直接本体2に接続されている。図2ないし図6のものは、いずれも半導体素子4が、接続層5を介して、放熱基板1に直接接続されている。また図8には、本発明の材料が特に有用なパワーモジュール用の半導体装置の一例を模式的に示す。この図で半導体素子4を搭載した第二の基板22は、図示しないが実際には、例えば2行3列に分割配置されている。なお半導体素子の入出力リードについては省略してある。なお図1～8において6はダイアタッチ部、7はボンディングワイヤー、8は金属リードピン、9はキャップ、10は半田ボール、11はポリイミド樹脂製のテープ、12は銅箔回路、13はサポートリング、14は配線基板、15は樹脂、16はリードフレーム、17は絶縁フルム、18はモールド樹脂、19はアルミニウム製のフィン、20はシリコン樹脂である。また21は放熱構造体、22は第二の放熱基板1上の第一の基板である。

これらのパッケージにおいて、本発明の複合材料を放熱基板またはパッケージ本体に使った場合、それと他の部材との接続層の製造設計は極めて簡単になる。例えば図1や図7のように半導体素子と放熱基板との間に電気絶縁性のセラミックスを介在させる基本構造の場合、放熱基板1に本発明の複合材料を用い、本体2にアルミナ質セラミックスを用いることによって、半導体素子直下の熱流束通過部分の二つの接続界面の熱膨張係数差が小さくなる。したがって従来は例えば接続層をいくつかの材質で積層したり、熱応力を緩和するために厚めにしていたものを、単一層や薄い層に変更することもできる。図2ないし図6のように接続層を介して半導体素子を直接放熱基板に接続する場合も同様である。

また以上のデバイスの中でも特にサイズが大きく、実用時の電氣的・熱的な負荷が大きい図8のパワーモジュール構造では、最下部には放熱構造体21を配置し、第二の放熱基板1の上に電気絶縁性のセラミックスからなる第一の基板22を接続層(ロウ材層)を介して接続し、さらに別の接続層(各種メタライズ層、ロ

ウ材層または銅－酸化銅の共晶層等々）を介して銅またはアルミニウムの箔からなる回路 1 2（図 8 には図示せず）を形成し、これにさらに別の接続層（通常は半田層）を介して半導体素子 4 を接続している。例えばこの構造において、放熱構造体上の基板 1 に従来の銅板に代えて本発明の複合材料を用い、基板 2 2 に A l N セラミックスを用いると、実装時や実用時にこれらの間には殆ど熱応力がかからず、両基板間の接続層を例えば  $100\ \mu\text{m}$  以下、特に  $50\ \mu\text{m}$  以下の従来に無い極めて薄いものにできる。さらに本発明の材料は、複雑な形状のものも作り易いので、例えば最下部の放熱構造体、放熱基板上に固定されているパッケージ本体およびその上部に配置されるキャップ等々の全てを一体化することも十分可能である。また以上のように一体化せず、例えば放熱構造体、放熱基板と同第二基板やケースおよびキャップを、本発明の材料で別々に作製し、お互いに接合して合体する場合でも、その接合部分は、例えば  $100\ \mu\text{m}$  以下、特に  $50\ \mu\text{m}$  以下の極めて薄い層でもよい。

#### 実施例 1

いずれも純度が 99 % 以上、不純物の遷移金属元素が合計で  $500\ \text{ppm}$  以下（Fe は  $50\ \text{ppm}$  以下）、酸素が 1 質量 % 以下である表 1 に記載の各種セラミックスからなる第一成分と、いずれも純度が 99 % 以上、平均粒径  $20\ \mu\text{m}$  の表 1 に記載の半金属および金属からなる第二成分の粉末または塊を、それぞれ準備した。これら第二成分の原料は、予配合成分として用いる場合は、粉末を用い、溶浸剤として用いる場合は塊を用いた。なお珪素（Si）粉末は、平均粒径が  $3\ \mu\text{m}$  であり  $\alpha$  型結晶のものを、炭化珪素（SiC）粉末は、平均粒径  $70\ \mu\text{m}$  と  $5\ \mu\text{m}$ （全体の平均粒径が約  $54\ \mu\text{m}$ ）の 6H 型結晶の粉末を前者：後者が質量比で 3 : 1 となるように混合した粉末を、窒化珪素（Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>）粉末は、平均粒径  $3\ \mu\text{m}$  の  $\beta$  型結晶からなるものを選んだ。なお試料 17 および 25 の硼素（B）粉末、試料 18 のグラファイト（graphite）粉末および試料 26 のタングステン（W）粉末は、予め第一成分である SiC 粉末に全量予配合した。また試料 5 ~ 9 および 12 の珪素（Si）粉末も表 1 の「溶浸体の組成」欄に記載の最終組成の同成分量の一部（表中の半金属欄の数値がその質量部）を、SiC 粉末に予配合した。

これらの第一成分の粉末の100重量部に対し、3重量部のパラフィンバインダーを添加し、エタノール中でボールミル混合した。得られたスラリーは噴霧乾燥して顆粒とし、直径100mm、厚さ3mmのディスク形状に乾式プレス成形した。成形圧力は、試料1が686MPa、試料2が392MPa、他の試料は196MPaとした。各成形体は、1.33Paの真空中で400℃まで昇温してバインダーを除去した後、主にハンドリングをし易くするため、若干の空孔率の調整も兼ねて、表1の「予備焼成」欄に記載の雰囲気および温度下で1時間焼成した。なお同欄に条件の記載の無いものは、予備焼成を行わなかったものである。

一方上記第二成分の粉末は、表1の「第二成分」欄に記載の種類にて、同表「溶浸体の組成」欄に記載の同組成重量比率で秤取した後、複数成分のものはV型ミキサーで乾式混合した。その後これら第二成分の粉末を、上記第一成分多孔体試料の空孔容量にほぼ見合った重量だけ秤取して、直径100mmのディスク形状に乾式プレス成形し、各多孔体試料の対となる溶浸剤とした。その後各多孔体試料の溶浸剤との接触面以外の全ての面に、TiN粉末をエタノール中に分散させたものを塗布後乾燥し、TiN粉末からなる溶出防止剤の薄い層を形成した。

これらの多孔体試料を、対となる第二成分からなる溶浸剤上に載せて溶浸炉内に配置し、表1の「溶浸」欄に記載の雰囲気および温度で溶浸剤を多孔体の空孔内に溶浸した。試料28～31は、試料9と同じ成形体を加圧容器内に配置し、0.13Paの真空中、表1に記載の温度下、圧力29MPaにてSiを加圧溶浸した。それ以外の試料は、表1に記載の温度・雰囲気で常圧下で、表に記載の溶浸体組成となるように、以下のように自発溶浸を行った。自発溶浸で溶融させる成分は、試料1～9、19および24ではSi、試料10～12、20および21ではAlとSi（以上グループ1）、試料13、17、18および25はAl（以上グループ2）、試料14および22はSiとCu（以上グループ3）、試料15および23はSiとAg（以上グループ4）である。したがって各グループの試料の溶浸温度は、表1に記載のように溶浸成分の融点を越える温度とし、その温度にて30分間保持した。グループ1、3および4では、それぞれ最初にAl、CuおよびAgの融点より少し高い温度で30分間保持した後、表1の

温度まで昇温した。

第二成分の溶融物は、溶出防止剤の層を形成した面には溶出せず、溶浸剤と接触させた下の面のみに溶出した。また溶浸後の試料の収縮・変形および損傷は、ほとんど確認されなかった。溶出の無い面をブラスト仕上げした後、第二成分の溶出した一面のみ研削仕上げによって、溶出物を除去した。仕上げした各試料は、この仕上げによってほぼ所望の寸法のものが得られた。

なお表1には示さないが、別途試料番号4と同じSiCの成形体を用意し、試料番号4と同様にバインダーを除いた後、1800℃で1時間予備焼成を行ったSiC多孔体(試料4')と、同様にバインダーを除いた後、101.3KPaのアルゴンガス中2000℃で1時間予備焼成を行ったSiC多孔体(試料4'')を作製した。前者は、その後1.33Paのアルゴンガス中の1800℃に保持してSiを溶浸した。これにていずれもSi量25質量%、SiC量75質量%の溶浸体を得た。

その後これらの試料の相対密度(水中法で確認した実測密度の理論密度に対する割合)、熱伝導率(レーザーフラッシュ法によって確認)および熱膨張係数(別途同じ方法で作製された棒状試片を用い差動トランス法によって確認)を評価した。その結果を表1に示す。

なお表1には示さないが、化学分析にて溶浸体中の不純物である酸素、遷移金属元素の量を確認したところ、いずれの試料もこれらの不純物量は合計で0.5質量%以下、この内の遷移金属元素の量は元素換算合計で300ppm以下であり、鉄は元素換算で40ppm以下であった。

さらに溶浸体中の第一成分セラミックス粒子の平均粒径を確認したところ、試料1~18、4'、4''および26~31が72 $\mu$ m、試料19~25は、3 $\mu$ mであった。なおこの平均粒径は、試片の破断面を100倍に拡大しSEM(走査型電子顕微鏡)写真を撮り同視野の二本の対角線によって切られる粒子サイズを読み取り、それらを算術平均することによって求めた。

なお試料4'、4''の相対密度はいずれも100%、熱膨張係数はいずれも $3.85 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ 、熱伝導率はいずれも235W/m $\cdot$ Kであった。

また表には載せないが、全ての試片の主面に厚み3 $\mu$ mのニッケルメッキを行



い、その上に A g - S n 系半田の  $90\text{ }\mu\text{m}$  の層を介して、S i 半導体素子を接続した。これらの試料に、 $-60^{\circ}\text{C}$  で 30 分保持し、 $150^{\circ}\text{C}$  で 30 分保持する昇降温を 1000 サイクル繰り返す冷熱負荷を加えたところ、熱膨張係数の大きい試料 13 のアッセンブリーは、500 サイクルで半導体素子が剥離し始めた。一方熱膨張係数が  $6\text{ ppm}/^{\circ}\text{C}$  で以下の本発明複合材料を用いたアッセンブリーは、1000 サイクル負荷後も半導体素子との接続部は健全であった。

表 1

試料 番号	第一 成分	第二成分		予備焼成		溶 浸		溶 浸 体			
		属半金	金属	雰囲気	温度 (℃)	雰囲気	温度 (℃)	組 成 (数値は質量%)	相対密 度 (%)	熱伝導 率 (W/mK)	熱膨張係数 ( $\times 10^{-6}$ /℃)
1	SiC	Si	—	真空	1600	アルゴン	1600	Si 9%-SiC91%	98	230	3.76
2	SiC	Si	—	真空	1600	アルゴン	1600	Si10%-SiC90%	99	242	3.75
3	SiC	Si	—	真空	1600	アルゴン	1600	Si20%-SiC80%	100	240	3.83
4	SiC	Si	—	—	—	アルゴン	1600	Si25%-SiC75%	100	233	3.85
5	SiC	Si	—	—	—	アルゴン	1600	Si35%-SiC65%	100	220	3.91
6	SiC	Si	—	—	—	アルゴン	1600	Si40%-SiC60%	100	213	3.94
7	SiC	Si	—	—	—	アルゴン	1600	Si60%-SiC40%	100	190	4.03
8	SiC	Si	—	—	—	アルゴン	1600	Si70%-SiC30%	100	179	3.93
9	SiC	Si	—	—	—	アルゴン	1600	Si80%-SiC20%	100	169	4.12
10	SiC	Si	Al	真空	1550	アルゴン	1560	Si10%-SiC80%-Al 10%	100	251	6.00
11	SiC	Si	Al	—	—	アルゴン	1560	Si20%-SiC72%-Al 8%	100	237	5.58
12	SiC	Si	Al	—	—	アルゴン	1560	Si20%-SiC72%-Al 8%	100	218	5.61
*13	SiC	Si	—	—	—	アルゴン	700	Si70%-SiC30%	100	260	10.60
*14	SiC	—	Cu	真空	1600	アルゴン	1200	Si80%-SiC20%	100	282	4.72
15	SiC	Si	Ag	—	—	アルゴン	1560	Si20%-SiC60%-Al 20%	100	247	4.90
16	SiC	Ge	—	真空	1530	アルゴン	1000	Ge25%-SiC75%	100	235	4.06
17	SiC	B	Al	真空	1540	アルゴン	700	B 5%-SiC87%-Al 8%	98	260	5.82
18	SiC	Gr	Al	真空	1550	アルゴン	700	Gr 5%-SiC72%-Al 8%	98	250	5.57
19	AlN	Si	—	窒素	1540	アルゴン	1600	Si25%-AlN75%	100	164	4.41
20	AlN	Si	Al	窒素	1550	アルゴン	1600	Si25%-AlN70%-Al 5%	100	231	5.48
21	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	Si	Al	—	—	窒素	1560	Si45%-Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> 43%-Al 12%	100	150	6.00
22	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	Si	Cu	—	—	窒素	1560	Si40%-Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> 40%-Cu20%	100	157	4.59
23	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	Si	Ag	—	—	窒素	1560	Si45%-Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> 40%-Ag15%	100	151	4.42
24	BN	BN	—	—	—	窒素	1600	Si30%-BN70%	100	570	3.60
25	BN	B	Al	—	—	窒素	700	B 5%-BN85%-Al 10%	100	553	5.54
26	SiC	Si	W	—	—	アルゴン	1600	Si20%-SiC70%-W 10%	100	233	3.83
27	SiC	Si	Mn	アルゴン	—	アルゴン	1600	Si25%-SiC70%-Mn 5%	100	233	4.75
28	SiC	Si	—	真空	1600	真空	1600	Si20%-SiC80%	100	240	3.83
29	SiC	Si	—	真空	1800	真空	1600	Si25%-SiC75%	100	233	3.85
30	SiC	Si	—	アルゴン	1600	真空	1800	Si20%-SiC80%	100	240	3.83
31	SiC	Si	—	真空	1800	真空	1800	Si25%-SiC75%	100	233	3.85

注) \*印は比較例を、第二成分欄の「予」は、その成分を第一成分に予配合したことを示す。

試料 18 の「Gr」はグラファイトである。雰囲気欄の真空は  $10^{-3}$  Torr., 窒素・アルゴンは 1 気圧。

以上の結果より以下のことが分かる。(1) 熱膨張係数が  $5 \times 10^{-6}$  /°C 以

下の SiC のようなセラミックスを主成分とする第一成分の多孔体の空孔量を制御し、同空孔内に熱膨張係数が  $8.5 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$  以下の半金属のみか、またはこれと熱伝導率が  $140 \text{ W} / \text{m} \cdot \text{K}$  以上の金属との混合物を溶浸することによって、熱膨張係数が  $6 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$  以下、熱伝導率が  $150 \text{ W} / \text{m} \cdot \text{K}$  以上の低い熱膨張係数と高い熱伝導率を兼ね備えた複合材料が得られる。(2) セラミックスが SiC、半金属が Si の場合には、それらの広い組成域にわたって熱膨張係数が  $5 \text{ ppm} / ^\circ\text{C}$  以下のものが得られる。特に SiC 量が 50 質量%以上の範囲では、 $200 \text{ W} / \text{m} \cdot \text{K}$  以上の高い熱伝導率のものが得られる。さらに(3) Al を加えた Al-SiC-Si 系では、Al 量が 10 質量%以下で、熱膨張係数が  $6 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$  以下のものが得られる。また(4) 熱膨張係数が  $6 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$  以下の本発明の複合材料に、直接 Si 半導体素子を接続したアッセンブリは、従来に無い薄い半田層を介して接続しても、その接続部分は十分高い信頼性を有する。したがって本発明の複合材料からなる基板を用いると、これに直接 Si 半導体素子を接続した高い信頼性の半導体装置用アッセンブリが提供できる。またさらに(5) 第一成分を主成分とする粉末の成形体、またはそれを焼成することによって得られた多孔体は、第二成分の溶浸工程ではほとんど収縮しない。このため第二成分の溶出面を除けば、ほぼ製品に近い素材が得られる。

#### 実施例 2

表 2 に記載の平均粒径および不純物量の異なる SiC 粉末と実施例 1 と同じ Si 粉末とを用意し、実施例 1 と同様にして同サイズのディスク形状の成形体を得た。この成形体を  $1.33 \text{ Pa}$  の真空中で  $400^\circ\text{C}$  まで昇温してバインダーを除去した後、同じ真空中にて昇温して  $1800^\circ\text{C}$  で 1 時間保持した。その後  $1.33 \text{ Pa}$  の真空中にて  $1600^\circ\text{C}$  に保持して、Si が 25 質量%、SiC が 75 質量%の主成分組成からなる複合材料を得た。

これらの各試料を実施例 1 同様に評価し、表 2 に示す。

表 2

試料 番号	SiC 粉末				溶浸体						
	平均粒径 ( $\mu\text{m}$ )	不純物量			相対密度 (%)	熱伝導率 ( $\text{w/m}\cdot\text{K}$ )	熱膨張 係数 ( $\times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ )	SiC の 平均粒径 ( $\mu\text{m}$ )	不純物量		
		合計量 (質量%)	遷移金属 元素合計 (ppm)	鉄族金属 合計 (ppm)					合計量 (質量%)	遷移金属 元素合計 (ppm)	鉄族金属 元素合計 (ppm)
1	54	1.3	350	80	100	235	3.85	72	0.5	280	60
2	22	1.9	540	190	100	198	3.85	28	1.1	510	150
3	25	1.7	520	170	100	201	3.85	32	1.1	510	150
4	54	1.8	530	190	100	208	3.85	72	1.1	500	160
5	22	2.2	540	190	100	203	3.85	28	0.9	510	150
6	22	1.4	530	180	100	209	3.85	28	0.5	510	150
7	54	1.3	510	170	100	214	3.85	72	0.5	510	150
8	22	1.9	500	180	100	202	3.85	28	1.1	490	150
9	22	1.9	370	170	100	208	3.85	28	1.1	300	150
10	54	1.2	340	170	100	225	3.85	72	0.5	300	150
11	22	1.9	540	120	100	203	3.85	28	1.1	510	100
12	22	1.9	540	80	100	209	3.85	28	1.1	510	60

以上の結果から SiC-Si 系において、

( 1 ) 不純物の量を 1 質量 % 以下とすることにより、 $200\text{ w/m}\cdot\text{K}$  を超す高い熱伝導率のものが得られる。さらに、

( 2 ) 遷移金属元素、特に鉄族元素の量を減らすことによって（前者では  $1,000\text{ ppm}$  以下、後者では  $100\text{ ppm}$  以下）、より高い熱伝導率のものが得られる。

ことが分かる。

なお、第一成分が  $\text{AlN}$  の実施例 1 の試料番号 19、第一成分が  $\text{Si}_3\text{N}_4$  の実施例 1 の試料番号 21 と同じ組成で、不純物量の異なる第一成分粉末で複合材料を調整したところ、全不純物の量ならびに遷移金属元素不純物の量の影響については、ほぼ上記の  $\text{SiC}-\text{Si}$  系とほぼ同じ傾向であった。

### 実施例 3

表 1 の試料 2 ～ 6、11、13、20、22、25、28 および 29 と同じ複合材料組成で、図 9 の（放熱構造体用として）フィン形状、図 10 の（放熱基板として）平板形状および図 11 の（ハウジングおよびキャップ用として）容器および蓋の形状のパワーモジュール用の部材を作製した。なお図 9 の部材は図 8 の冷却構造体 21 の部分に、図 10 の部材は図 8 のベースプレートの部分に、図 11 は図 8 のハウジングおよびキャップの部分にそれぞれ対応する。図 9 のフィン形状部材は、実施例 1 で調整した顆粒状の粉末に水溶媒を加え泥漿上にした後、これを石膏型に流し込み、3 日間乾燥した後、同型取り出し、乾式フライスによって成形体の最終形状とした。また、図 11 の（1）のハウジング形状部材の成形体の作製は、実施例 1 で調製した第一成分の顆粒状の粉末を、まずゴムモールドに充填して静水圧成形を行い、実施例 1 と同じ条件でバインダーを除いた後、乾式のフライスによって最終形状の相似形に切削仕上げした。図 10 および図 11 の（2）の板状の成形体は、第一成分の粉末にセルローズ系のバインダーと水分を加え、ニーダーにて混練りした後シート状に押出成形し、所定の長さに切断した後、実施例 1 と同じ条件でバインダーを除いた。

得られた成形体を表 1 に記載された対応する組成の各予備焼成温度にて焼成し多孔体とした。次いでこれらの多孔体を実施例 1 と同様の手順で別途作製した溶浸剤板上に載せ、溶浸炉中に配置した。いずれの形状品の場合にも、その溶浸剤

の板は、図 9 ～ 11 の形状の多孔体の下面の全面をカバーするように敷いて、実施例 1 の対応する組成の試料と同じ条件にて、第二成分を溶浸した。その場合、焼成体の下面以外の全ての面には、実施例 1 同様溶出防止剤の層を予め形成した。

なお試料 28 および 29 に相当する組成の成形体は、それぞれの部材の形状の加圧容器内に配置した後、実施例 1 と同様にして溶融 Si を溶浸した。

溶浸後の各試料は、変形や損傷も無く、ほぼ所望の形状に近いものであった。第二成分の溶出した下の面以外の面の仕上げおよび各コーナーのバリ取りをブラスト仕上げ機によって行った後、溶出面を平面研削盤にて反対側の面と平行になるように研削仕上げした。研削仕上げのし易さ（早さ）を Si-SiC 系（A 群、試料 2 ～ 6 に対応）、Al-SiC-Si 系（B 群、試料 11 に対応）および Al-SiC 系（C 群、試料 13 に対応）の間で比較したところ、3 群の中では特に Al を含まない A 群が顕著に優れ、次いで B 群、C 群の順であった。なお一部の切り出し試片を用い実施例 1 と同様にして、相対密度、熱伝導率および熱膨張係数を確認した結果、表 1 の対応試料とほぼ同じレベルであることが確認された。

#### 実施例 4

実施例 2 で作製した本発明の各部材の内、表 1 の試料 4、11、13、20 および 30 に対応する材質からなる種々の部材を用意した。これらの部材を実装して、図 8 の基本構造のパワーモジュールを作製し、実施例 1 と同じ条件の冷熱負荷試験（-60℃で30分間保持後150℃まで昇温して30分間保持する冷却サイクルを1000回繰り返す。）を行った。試験は、図 9 形状の放熱構造体を外部から水冷しつつ行った。モジュールへの実装の組み合わせおよび評価項目は、表 2 に示す。これらの組み合わせのアッセンブリーを各試料とも 30 個ずつ準備した。

同表の「実装した部材」欄には、「図 9 フィン」、「図 10 基板」、「図 11 容器」および「図 11 蓋」のように部材形状を区分した。この欄の数字は、個々の部材の材質区分を示している。例えば試料 26 の「4」は、表 1 の対応試料番号であり、該当部材がこの試料と同じ材質からなることを示す。試料 26 ～ 29

は、個々の部材が同じ材質で別々に作製され、実装されたものである。試料 3 0 ~ 3 2 は、「A 1」表示のフィン形状の放熱構造体のみが、実装後露呈する面を陽極酸化したアルミニウムで作製され、残りの 3 部品が別々に表示の材質で作られ、実装されたものである。試料 3 3 は、図 9、図 1 0 の部材と図 1 1 の容器部分が、試料 1 1 と同じ材質で一体物で作られ、これと同じ材質の蓋とを実装したものである。試料 3 4 は、図 9 と図 1 0 の部材が一体物、図 1 1 の部材が一体物の場合、試料 3 5 は、図 1 0 と図 1 1 の容器部分が一体物の場合である。なお一体物については、全て実施例 2 のフィン形状部材と同じ方法で作製した。

表 3

試料 番号	実装した部材 (数字は対応試料番号)				耐久性および出力性能				
	図 9 フィン	図 10 基板	図 11		部材 の損 傷	接続部の損傷			モジュール出力の 低下
			容器	蓋		基板 の間	基板 と容 器間	容器 蓋間	
3 2	4	4	4	4	無し	無し	無し	無し	無し
3 3	1 1	1 1	1 1	1 1	無し	無し	無し	無し	無し
* 3 4	1 3	1 3	1 3	1 3	第一基板割れ	無し	無し	無し	若干有り
3 5	2 0	3 0	3 0	3 0	無し	無し	無し	無し	無し
3 6	A 1	4	4	4	無し	無し	無し	無し	無し
3 7	A 1	1 1	1 1	1 1	無し	無し	無し	無し	無し
* 3 8	A 1	1 3	1 3	1 3	第一基板割れ	無し	無し	無し	若干有り
3 9	11 一体物			1 1	無し	無し	—	無し	無し
4 0	11 一体物		11 一体物		無し	無し	無し	—	無し
4 1	A 1	11 一体物		1 1	無し	無し	無し	無し	無し
4 2	A 1	3 0 一体物		1 1	無し	無し	無し	無し	無し
4 3	3 0 一体物		11 一体物		無し	無し	無し	無し	無し
4 4	3 0 一体物			1 1	無し	無し	無し	無し	無し

注) \* 印は比較例

図 1 0 の第二の基板に載せる第一の基板（図 8 の 2 2 に相当）は、全ての試料にわたり同じ材質のセラミックス製のものを用いた。その基板は、幅 3 0 m m、

長さ（図 8 の奥行き方向）40 mm、厚み 1 mm であり、熱伝導率が  $180 \text{ W/m} \cdot \text{K}$ 、熱膨張係数が  $4.5 \text{ ppm}/^\circ\text{C}$  の窒化アルミニウムセラミックス製のものである。この基板の上に、厚み 0.3 mm の銅箔回路を金属介在層を介して形成し、さらに Ag-Sn 系半田にて Si 半導体素子を接続した。

実装に先立ち第二の基板の主面に予め平均厚み  $5 \mu\text{m}$  の無電解ニッケルメッキ層と平均厚み  $3 \mu\text{m}$  の電解ニッケルメッキ層を形成した。この内各 4 個の試片は、ニッケルメッキ上に直径 5 mm の半球状の Ag-Sn 系半田によって直径 1 mm の銅線をメッキ面に垂直な方向に取り付けた。この試片の基板本体を治具に固定して銅線を掴みメッキ面に垂直な方向に引っ張り、基板へのメッキ層の密着強度を確認した。その結果いずれの基板のメッキ層も  $1 \text{ kg/mm}^2$  以上の引っ張り力でも剥がれなかった。またメッキ層が形成された別の試片の内から 10 個を抜き取って、上記と同じ条件の冷熱負荷試験を実施し、試験後上記と同様の密着強度を確認したところ、いずれの試片もメッキの密着性で上記レベルを満足する結果が得られた。以上の結果より本発明および試料 13 の複合材料のいずれも、メッキの密着性においては、実用上問題の無いレベルであることが判明した。

次に銅箔回路のみを形成した上記の第一の基板を用意し、これをニッケルメッキした第二の基板の主面上に 2 行 3 列で等間隔に配置し、厚み  $80 \mu\text{m}$  の Ag-Sn 系半田によって固定した。その後前述のように個々の基板上に半導体素子およびこれと外部回路との接続部を実装した。最後に図 8 のパワーモジュール構造物として合体した。この合体は、図 9、図 10 および図 11 の 1 の各部材の 100 mm 幅、150 mm 長さの面の四隅に上下に貫通させて開けた取り付け穴に、ボルトを通して行った。なお取り付け用の穴は、アルミニウムからなる部材では、取り付け前にエンドミルで開けた。一方複合材料からなる部材では、予め素材段階でその四隅に開けておいた下穴部に炭酸ガスレーザーを照射して、それを直径 3 mm まで拡げる方法によって形成した。このレーザー加工は、他のセラミックス材や Cu-W、Cu-Mo を対象とした場合に比べ、高精度かつ高速で行うことができた。この傾向は特に熱伝導率が高くなればなるほど顕著であった。また第二の基板の裏面側と冷却用のフィン状部材との接触面には、取り付け前にシリコンオイルコンパウンドを塗布介在させた。図 11 の蓋と容器との接合は、お



互いの接合面にニッケルメッキを施し、厚み  $90\mu\text{m}$  の  $\text{Ag}-\text{Cu}$  系銀ロウ材にて予めロウ付けした。

これらの各試片の中から各 15 個ずつ選び、上記の冷熱負荷条件で耐久試験を行い、試験後の部材の変化ならびにモジュールの出力の変化を確認した。その結果を表 2 に示す。表の「－」表示は、一体物であり接続部の評価不要の項目である。また表の「無し」表示は、1000 サイクル負荷後も異常の無かった項目である。表 2 の結果から明らかなように、比較例試料の 34 および 38 では、第一・第二の基板間の接続部近傍のセラミック基板に微小な割れが観測され放熱性能が低下したため、半導体素子の温度が上昇し、試験後のモジュールの出力が若干低下した。一方本発明の試料では試験後の損傷や出力の低下は、全く確認されなかった。

以上の結果より、本発明の複合材料からなる部材を用いたパワーモジュールは、実用上問題の無いレベルのものであることが分かった。なお別途図 1～7 の各種デバイスの放熱基板 1 および／またはパッケージ本体 2 に、本発明の複合材料および上記と同じ材質のセラミックスを組み合わせて実装し、上記と同じ冷熱負荷試験を行ったところ、本発明の複合材料からなる部材間および同部材と他の部材との間の接続部や各部材の損傷、ならびにデバイスの出力の低下は確認されず、実用上何ら問題の無いことも分かった。

#### 実施例 5

図 12 に示すケース 23 と蓋 24 とからなるマイクロ波集積回路用のパッケージを、実施例 1 の試料 2～6、11、13、20、22、25、28 および 29 と同じ複合材料を使って作製した。なおケースは、実施例 3 で述べた図 11 の (1) の部材と同じ手順で成形体を作製した。蓋は、第一成分の粉末にセルロース系のバインダーを添加し、ニーダーによって混練りした後、シート状に押出ししてそれを切断して成形体とした。得られた成形体を実施例 1 の表に示す各試料に対応する同じ手順で予備焼成ならびに溶浸を行った。なおケース 23 にはリード端子用もしくは光ファイバー固定用の孔 25 が設けてある。同ケース内にはマイクロ波集積回路、光電変換回路もしくは光増幅回路に使われる  $\text{Si}$  半導体素子とその基板が実装される。

その場合 Al-Si 系、Al-SiC 系複合材料では、他の部材と Al より融点の高いロウ材では接合できないため、これらの材料のハウジングでは低温半田を用いて組み立てられる。しかし本発明の複合材料は高温ロウ材を用いることができる。このため実用時の誘電損失が顕著に小さくなる。

また Al マトリックス中に Si や SiC を分散させた Al-Si 系、Al-SiC 系複合材料からなる部材を用いる場合に比べ、Si 半導体素子からなる上記各回路との間での熱膨張係数の差が殆んど無くなる。このため従来にも増して高い信頼性のパッケージが提供できる。実際に同ケース内に Si 半導体素子を取り付けたマイクロ波集積回路を上記の方法で作製した各ケース内に実装し、200℃で15分間保持する耐熱性試験および-60℃で30分保持後150℃で30分保持する1サイクルプログラムを1000サイクル続けるヒートサイクル試験を行った。その結果いずれの試験後もパッケージの各接合部は、ヘリウムリーク試験にてリーク速度が $1 \times 10^{-10}$  cc/sec 程度の高い気密性が維持され、実用上の回路の出力特性にも異常は生じなかった。

#### 産業上の利用可能性

以上詳述したように、本発明の複合材料は、6 ppm/℃以下の Si 半導体素子に極めて近い低い熱膨張係数を有し、なおかつ例えば従来の Si-SiC 系や Si-SiC-Al 系に代表されるこの種の複合材料に比べ、格段に優れた熱伝導性を有する。本発明の材料の内でも特に Si 量が 50 質量%以上の範囲のものは、200 W/m·K 以上の高い熱伝導率を有するとともに、その熱膨張係数が Si 半導体素子とほぼ同程度である。したがって本発明の材料は、半導体装置の放熱基板のみならず、その多種の部材として有用である。特に半導体素子ならびにセラミック製の部材との接続部の信頼性が極めて高い。また容易にネットシェイプな素材が得られ、機械加工が容易であるため安価に生産できる。特に複雑形状の製品が安価に得られるため、従来多数の部材を接続していたアッセンブリー部分を一体化することも可能になる。

#### 【図面の簡単な説明】

図 1 は、本発明の半導体装置の一例を示す図である。

図 2 は、本発明の半導体装置の一例を示す図である。

図 3 は、本発明の半導体装置の一例を示す図である。

図 4 は、本発明の半導体装置の一例を示す図である。

図 5 は、本発明の半導体装置の一例を示す図である。

図 6 は、本発明の半導体装置の一例を示す図である。

図 7 は、本発明の半導体装置の一例を示す図である。

図 8 は、本発明の半導体装置の一例を示す図である。

図 9 は、本発明実施例の半導体装置の放熱構造体を説明する図である。

図 10 は、本発明実施例の半導体装置の放熱基板を説明する図である。

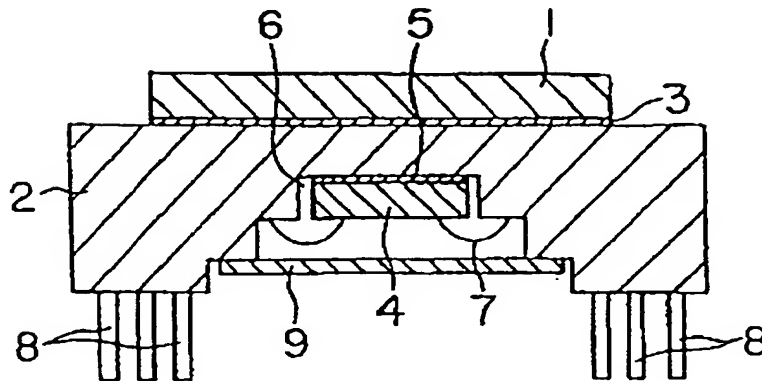
図 11 は、本発明実施例の半導体装置のハウジングおよびキャップ部分を説明する図である。

図 12 は、本発明の別の実施例の半導体装置のケースおよび蓋の部分を説明する図である。

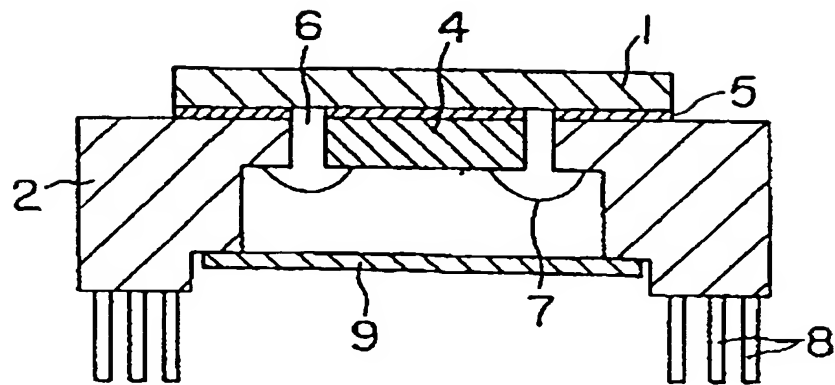
#### 符号の説明

1 は放熱基板、2 はパッケージ本体、3 は高熱伝導性の樹脂層、4 は半導体素子  
5 は接続層、6 はダイアタッチ部、7 はボンディングワイヤー、8 は金属リード  
ピン、9 はキャップ、10 は半田ボール、11 はポリイミド樹脂製のテープ、1  
2 は銅箔回路、13 はサポートリング、14 は配線基板、15 は樹脂、16 はリ  
ードフレーム、17 は絶縁フィルム、18 はモールド樹脂、19 はアルミニウム  
製のフィン、20 はシリコン樹脂、21 は放熱構造体、22 は第一の基板、2  
3 はケース、24 は蓋、25 は孔

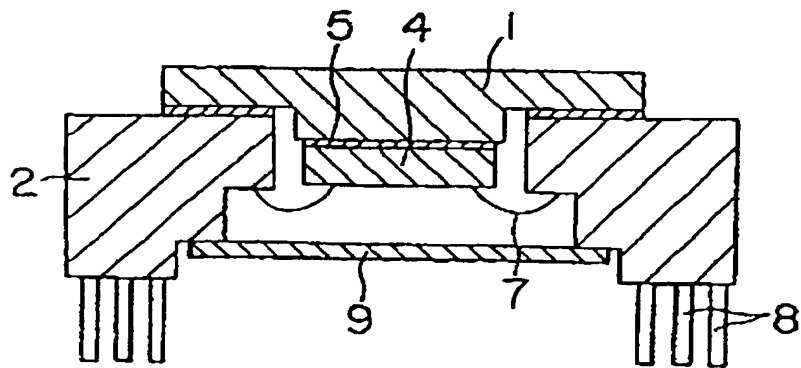
【図 1】



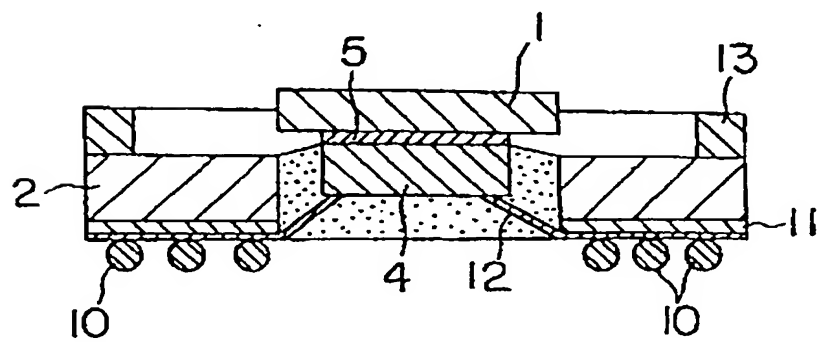
【 図 2 】



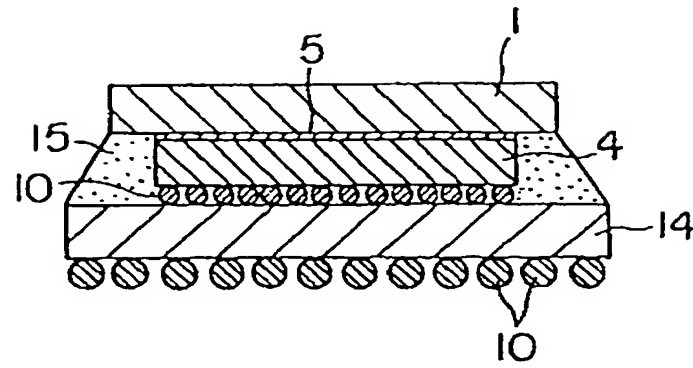
【 図 3 】



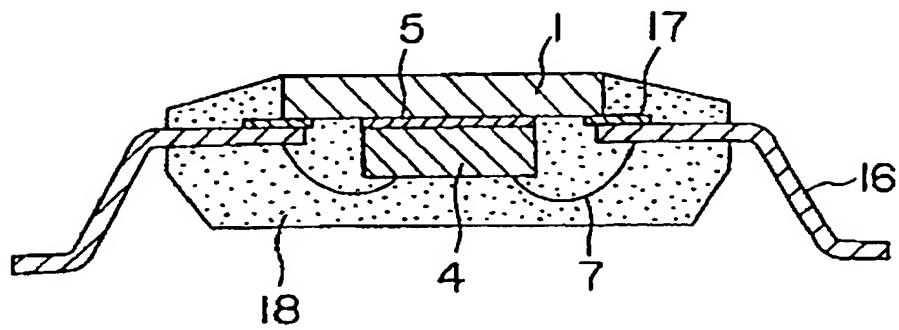
【 図 4 】



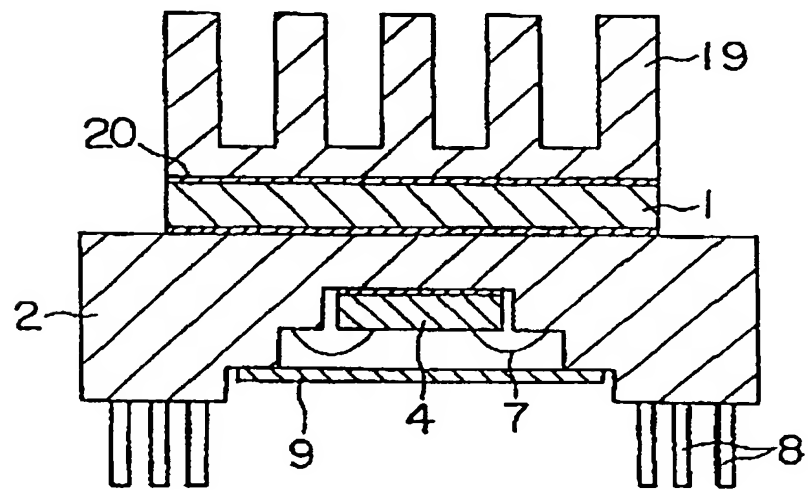
【 図 5 】



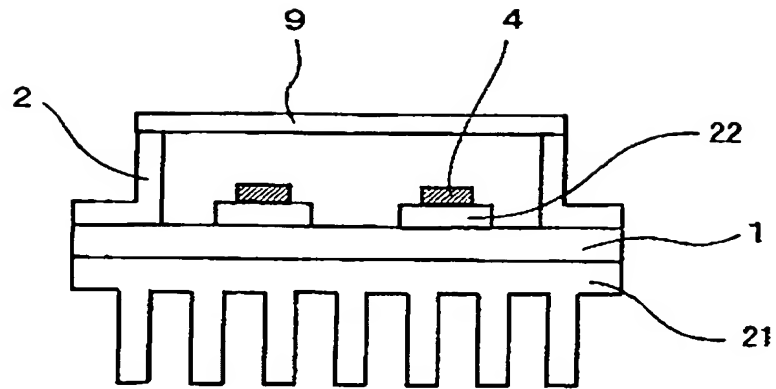
【 図 6 】



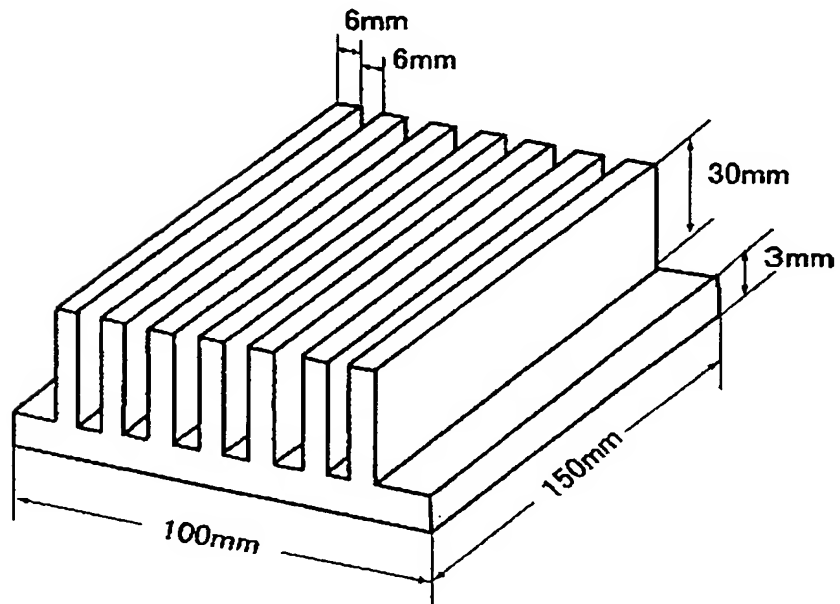
【 図 7 】



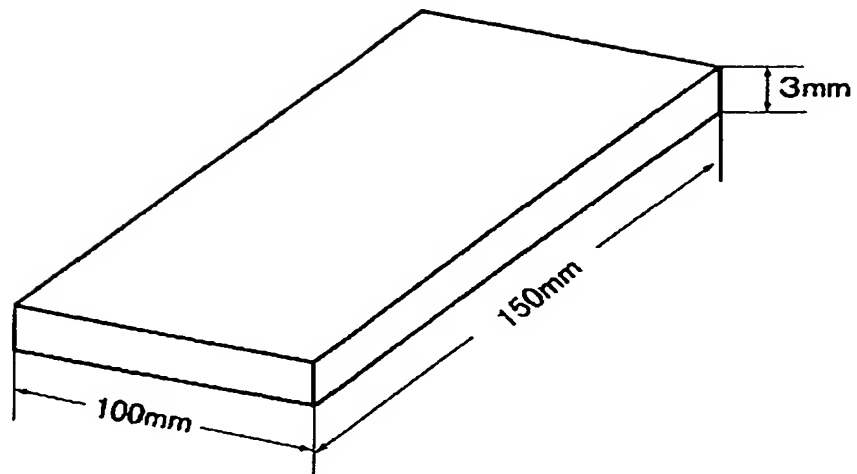
【 図 8 】



【 図 9 】

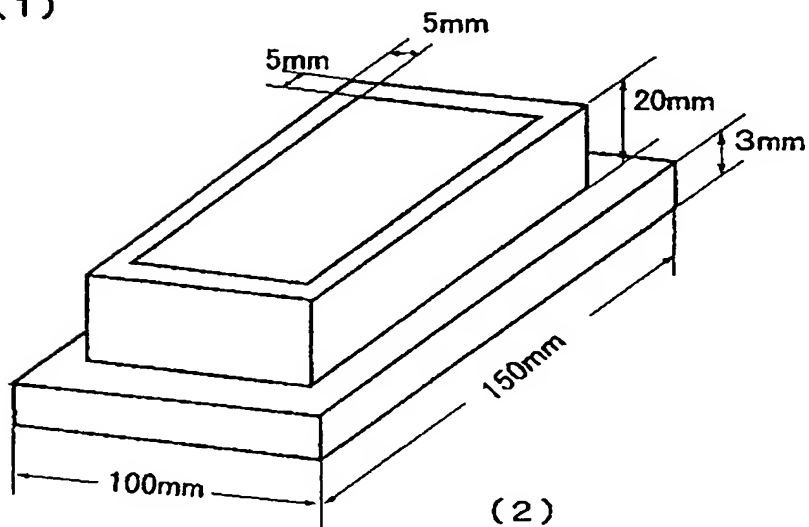


【 図 1 0 】

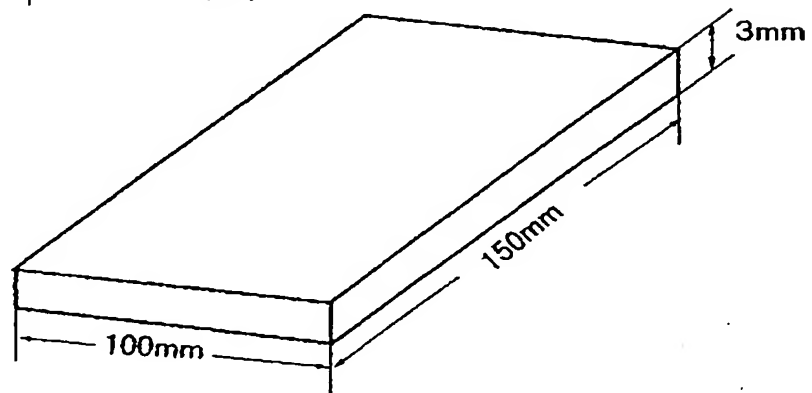


【 図 1 1 】

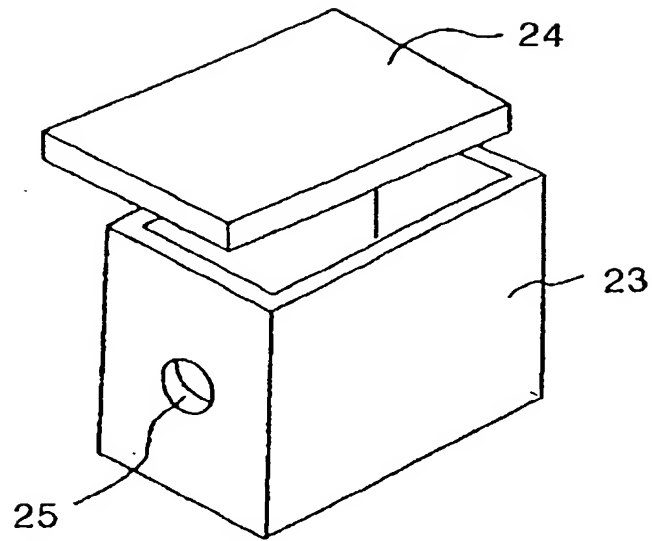
( 1 )



( 2 )



【 図 1 2 】





## 【 国 際 調 査 報 告 】

国際調査報告		国際出願番号 PCT/JPO0/03743	
A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC)) Int. Cl <sup>7</sup> C04B41/88			
B. 調査を行った分野 調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC)) Int. Cl <sup>7</sup> C04B41/80~41/91			
最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの 日本国実用新案公報 1926~1996年 日本国公開実用新案公報 1971~2000年 日本国登録実用新案公報 1994~2000年 日本国実用新案登録公報 1996~2000年			
国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)			
C. 関連すると認められる文献			
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号	
X	EP, 859410, A2 (NGK INSULATORS, LT D.) 19. 8月. 1998 (19. 08. 98) 請求の範囲& J P, 11-29379, A &CN, 1201256, A	1	
Y	EP, 859410, A2 (NGK INSULATORS, LT D.) 19. 8月. 1998 (19. 08. 98) 請求の範囲& J P, 11-29379, A &CN, 1201256, A	1~11	
Y	J P, 1-115888, A (イビデン株式会社) 9. 5月. 1989 (09. 05. 89) (ファミリーなし) 請求の範囲, 実施例	1~11	
Y	J P, 10-194876, A (住友金属工業株式会社) 28. 7月. 1998 (28. 07. 98) (ファミリーなし) 請求の範囲	1~11	
<input checked="" type="checkbox"/> C欄の続きにも文献が列挙されている。 <input type="checkbox"/> パテントファミリーに関する別紙を参照。			
* 引用文献のカテゴリー 「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの 「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの 「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す) 「O」 口頭による開示、使用、展示等に関する文献 「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願日の後に公表された文献 「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの 「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの 「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの 「&」 同一パテントファミリー文献			
国際調査を完了した日 14. 09. 00		国際調査報告の発送日 26.09.00	
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/J P) 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号		特許庁審査官 (権限のある職員) 米田 健志 印 電話番号 03-3581-1101 内線 3465	

## 国際調査報告

国際出願番号 PCT / J P 0 0 / 0 3 7 4 3

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
	実施例	

フロントページの続き

(72)発明者 福井 彰  
兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号 住友  
電気工業株式会社伊丹製作所内

(注) この公表は、国際事務局 (W I P O) により国際公開された公報を基に作成したものである。

なおこの公表に係る日本語特許出願 (日本語実用新案登録出願) の国際公開の効果は、特許法第184条の10第1項 (実用新案法第48条の13第2項) により生ずるものであり、本掲載とは関係ありません。